

УДК 543.423

ВНЕДРЕНИЕ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО СПЕКТРОМЕТРА PDA - 5017G В КОНВЕРТЕРНОМ ЦЕХЕ ЗСМК

В.В.Мандрыгин, Н.П.Сучкова, И.Д.Исмаилов
ОАО «Западно - Сибирский металлургический комбинат»
654043, Новокузнецк-43
rslczl@zsmk.ru

Поступила в редакцию 14 января 2002 г.

Изложен опыт использования спектрометра PDA-5017G для экспресс-анализа стали, включая определение алюминия общего и кислоторастворимого и азота в интервале 0,0015 – 0,050 %. Для элементов, определяемых способом PDA, приведены данные для сравнения по пределам обнаружения, показателям сходимости и воспроизводимости на спектрометре PDA-5017G и спектрометре SV-2000 фирмы "Baird". Приведены рассчитанные показатели точности для Ca, Zn, Sn, Pb, Sb при малых содержаниях компонентов.

Мандрыгин Владимир Васильевич – заместитель начальника ЦЗЛ, начальник РСЛ Западно-Сибирского металлургического комбината.

Область научных интересов: спектральный анализ, рентгеноспектральный анализ, анализ газов, аналитическое оборудование для анализа материалов металлургического производства

Автор 12 публикаций.

Сучкова Нина Павловна – инженер-аналитик рентгеноспектральной лаборатории

Западно-Сибирского металлургического комбината.

Область научных интересов: атомно-эмиссионный анализ металла, определение низких содержаний элементов.

Автор 2 публикаций.

Исмаилов Игорь Джамилович – инженер-электронщик рентгеноспектральной лаборатории Западно-Сибирского металлургического комбината.

Область научных интересов: промышленная электроника.

В продолжение сотрудничества с фирмой "Shimadzu" [1] в 1994 г. ЗСМК был приобретен и запущен в эксплуатацию атомно-эмиссионный спектрометр PDA-5017G. Спектрометр оснащен анализатором амплитудного распределения интенсивностей спектральных линий и временно-го разрешения спектров.

Способ PDA, заключающийся в анализе частотного распределения амплитуд интенсивностей спектральных линий, применяется для решения следующих задач:

- определения общего содержания элемента в пробе;
- улучшения воспроизводимости результатов определения элементов, склонных к образованию включений в стали и дающих неоднородное поступление в плазму разряда: Al, Zr, S, Pb, Ti, В;
- определения долей элемента, входящих в состав включений (то есть связанного, нерастворенного, элемента и свободного элемента в твердом растворе, называемого, согласно методике химического определения, кислотораствори-

мым).

Долевое содержание связанного и свободного алюминия, являющегося основным раскислителем стали, экспрессно определяют либо по эмпирически подобранному коэффициенту, либо по уравнению регрессии, созданному по массиву аттестованных значений растворенного алюминия в образцах и медианам распределения, смещенным с определенным коэффициентом.

Кроме того, спектрометр PDA-5017G позволяет:

- измерять интенсивности спектральных линий, соответствующие искровому или дуговому режиму возбуждения в отдельности либо совместно, используя возможность регистрации спектров, разрешенных во времени;
- производить очистку электродов, используя реверсный разряд с переменной полярности после каждого обжига;
- существенно расширять диапазон определяемых концентраций ряда элементов, подбирая для них по две аналитические линии с максимальной чувствительностью в соответствующем

интервале концентраций (например, углерод в интервале $(0.005 + 0.1) \%$ определяют по линии 165.8 нм, а в интервале $(0.1 + 5.0) \%$ - по линии 193.0 нм):

- отбрасывать результаты измерений проб с дефектной поверхностью и "белыми" непроработанными пятнами обжига, с несоответствующей матрицей или полученные с изменившимися условиями анализа (грязный аргон, частично разрушенный подставной электрод) путем установки уровня дискриминатора для интенсивности спектральной линии железа в канале сравнения.

Дополнительно по нашему техническому заданию фирмой была изменена функция усреднения результатов: альтернативно арифметическому усреднению по заданному числу зарегистрированных спектров ($2 + 20$) можно использовать режим усреднения результатов по допускаемым расхождениям. В последнем режиме возможно выполнение до трех измерений и при этом усредняются результаты с расхождением, не превышающим заданной величины d_2 . При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному элементу появляется соответствующая визуальная диагностика, и измерения повторяются. Оператор

может вручную закончить цикл измерений с использованием функциональной клавиши.

Допускаемые расхождения между результатами измерений рассчитываются по уравнению 2-го порядка, параметрами которого являются допуски d_2 по ГОСТ 18895, ГОСТ 27611 или нормативным документам предприятия на методики выполнения измерений и численные значения середин интервалов концентраций, для которых назначены допуски

Спектрометр PDA-5017G был аттестован согласно МУ МО 14-1-3-90* в 1995 г. для элементов и диапазонов, регламентируемых ГОСТ 18895 и ГОСТ 27611. Полученные при аттестации прибора показатели точности были сравнены с аналогичными данными, полученными с использованием атомно-эмиссионных спектрометров GVM-1014 фирмы "Shimadzu" и SV-2000 фирмы "Baird", которые внедрялись в лаборатории ЦЗЛ ЗСМК почти одновременно со спектрометром PDA-5017G. Существенно лучшие аттестационные показатели на спектрометре PDA - 5017G были получены только для циркония и вольфрама (табл. 1). Аттестационные показатели по другим элементам равноценны на всех трех приборах.

Таблица 1

Аттестационные показатели сходимости Π_{cx} и воспроизводимости Π_b по цирконию и вольфраму для разных спектрометров

Элемент	Спектрометр					
	PDA-5017		GVM - 1014		SV-2000	
	Π_{cx}	Π_b	Π_{cx}	Π_b	Π_{cx}	Π_b
Цирконий	0,19	0,61	0,34	0,89	-	-
Вольфрам	0,10	0,32	0,32	0,75	0,26	0,65

Примечание. Число измерений во всех случаях составляло $k=50$ серий, кроме определения Zr на спектрометре GVM-1014 ($k = 100$ серий).

Для оценки кратковременной воспроизводимости S_b выполнено по десять измерений одних и тех же образцов на спектрометрах PDA-5017G и SV-2000. В табл.2 приведены сравнительные результаты по элементам, склонным к дендритной ликвации (As, P, S, B), образующим включения (Ti, W, Al, Zr) и не образующим твердых растворов с железом (Pb, Ca). Результаты для прибора PDA-5017G обработаны способом PDA.

Из табл.2 видно, что с использованием спектрометра PDA-5017G наблюдается улучшение кратковременной воспроизводимости при определении следовых содержаний элементов, а также при определении легколетучих или трудновозбуждаемых элементов. Для элементов, склонных к

ликвации или образованию включений, улучшения кратковременной воспроизводимости определений не отмечено.

Оценка пределов обнаружения элементов была проведена согласно [2]:

$$C_L = 3 \sqrt{2} \sigma_0,$$

где σ_0 – среднее квадратическое отклонение, рассчитываемое не менее чем по 10 измерениям "нулевой" пробы. В качестве "нулевой" пробы выбирали стандартные образцы со следовыми содержаниями компонентов, дающими значимый аналитический сигнал. В [2] предлагается оценивать предел обнаружения элементов в атомно-эмиссионной спектрометрии как $1/20$ концент-

* МУ МО 14-1-3-90. Методические указания. Аттестация нестандартизированных методик количественного химического анализа. Свердловск: Изд. ИСО ЦНИИЧМ, 1990. 24 с.

рации элемента, дающей аналитический сигнал, равный сигналу фона (BEC – концентрационный эквивалент фона, background equivalent concentration). Исходя из нашего опыта, для боль-

шинства элементов более приемлема оценка в 1/10 BEC. Рассчитанный таким образом предел обнаружения можно принимать также за нижнюю границу измерений.

Таблица 2

Сравнительные данные кратковременной воспроизводимости $S_{\text{в}}$ определения элементов на приборах PDA-5017G и SV-2000. $C_{\text{эл}}$ – содержание элемента в пробе

Определяемый элемент	Образец 164 D			Образец ST 08-2		
	$C_{\text{эл}}, \% \text{ мас.}$	PDA-5017G	SV-2000	$C_{\text{эл}}, \% \text{ мас.}$	PDA-5017G	SV-2000
As	0,018	0,0010	0,0007	0,006	0,00085	0,0011
P	0,047	0,0003	0,0009	0,028	0,0004	0,0013
S	0,008	0,00056	0,0006	0,020	0,0010	0,0012
B	0,008	0,00015	0,00008	0,0036	0,00008	0,0013
Ti	0,010	0,00064	0,0007	0,17	0,003	0,0023
W	0,008	0,001	0,0115	0,10	0,002	0,0213
Al	0,007	0,0038	0,0029	0,078	0,0031	0,0025
Zr	-	-	-	0,046	0,0020	0,00083
Pb	0,007	0,0004	?	0,032	0,0015	0,00317
Ca	-	-	-	0,0028	0,00006	0,00023

Примечание. Прочерк – элемент отсутствует в пробе; ? – отсутствие значащих цифр в результате измерений.

В табл.3 сопоставлены пределы обнаружения для прибора PDA-5017G, полученные вышеуказанным способом, и для спектрометра SV-2000, установленные по методике фирмы "Baird", использующей образцы с низкими – вблизи ожидаемых пределов обнаружения, – и высокими, на

границе прямолинейного участка графика, содержаниями элементов. Можно сделать заключение, что по пределам обнаружения основных примесных элементов в стали оба прибора являются практически равноценными.

Таблица 3

Пределы обнаружения элементов C_L на спектрометрах PDA-5017G и SV-2000

Элемент	Концентрационный эквивалент фона (BEC) для PDA-5017G		$C_L, \% \text{ мас.}$		Элемент	Концентрационный эквивалент фона (BEC) для PDA-5017G		$C_L, \% \text{ мас.}$	
	BEC, ppm	1/10 BEC, % мас.	PDA-5017G	SV-2000*		BEC, ppm	1/10 BEC, % мас.	PDA-5017G	SV-2000*
C	338	0,003	0,004	0,006	Nb	450	0,0045	0,004	0,002
Si	520	0,005	0,003	0,001	Ca	3	0,00003	0,0001	0,0005
Mn	-	-	0,005	0,003	As	420	0,004	0,007	0,002
S	60	0,0006	0,0006	0,001	Sn	180	0,002	0,002	-
P	110	0,001	0,0006	0,001	Zn	40	0,0004	0,0004	-
Cr	277	0,003	0,003	0,001	Pb	190	0,002	0,002	-
Ni	657	0,0065	0,006	0,002	B	40	0,0004	0,0003	-
Mo	654	0,0065	0,007	0,001	W	1580	0,016	0,02	-
V	420	0,004	0,002	0,0004	Bi	247	0,002	0,002	-
Ti	70	0,0007	0,001	0,0002	Co	2260	0,02	0,01	-
Al	266	0,003	0,004	0,001	Sb	690	0,007	0,02	-
Cu	1260	0,01	0,006	0,001	N	390	0,004	0,003	-
Zr	300	0,003	0,004	0,006					

* Данные по SV-2000 взяты из отчета Мерошниковой В.Е., ЦЗЛ ЗСМК.

В конвертерном цехе № 2 ЗСМК внедрена машина непрерывной разливки стали. В связи с этим необходимо контролировать технологический процесс по уровню содержания Al (кислоторастворимого и общего), N, Ca и Sn, а при разработке новых технологий – по уровню содержания Zn, Pb и Sb. В табл.4 приведены рассчитанные в

соответствии с МУ МО 14-1-3-90 характеристики случайной составляющей погрешности (воспроизводимости) результатов определения некоторых из перечисленных элементов. Вычисления выполнены на базе экспериментальных данных, полученных на спектрометре PDA-5017G.

Таблица 4

Значения характеристики случайной составляющей погрешности (воспроизводимости - σ_b) результатов анализа стали с использованием спектрометра PDA-5017

Массовая доля элемента, %	Значения σ_b (%) для элементов				
	Ca	Zn	Sn	Pb	Sb
0,0005 - 0,001	0,00012	0,0004	-	-	-
0,001 - 0,002	0,00017	0,0006	-	-	-
0,002 - 0,005	0,00026	0,0009	0,0007	0,0009	-
0,005 - 0,010	0,00037	0,0013	0,0009	0,0012	-
0,010 - 0,02	-	0,0019	0,0013	0,0017	-
0,02 - 0,05	-	0,0023	0,0021	0,0027	0,005
0,05 - 0,10	-	-	0,003	0,004	0,007
0,10 - 0,20	-	-	-	0,005	-

На нижних границах измерения погрешность методики близка к определяемым содержаниям компонентов, однако технологам необходима и такая оценка содержания. Методики КХА аттестованы внутри предприятия для контроля технологического процесса. По кальцию сопоставительные данные для аттестации методики получены анализом производственных проб методом индуктивно связанной плазмы, по другим указанным элементам - путем многократного анализа стандартных образцов чешских (СКД) и японских (JSS) производителей.

Для разработки новых технологий необходимо

быстрое получение информации о содержании общего и кислоторастворимого алюминия в стали [3]. В аналитических лабораториях ЗСМК имеются два спектрометра с возможностью такого анализа: PDA-5017G (анализ способом подсчета частоты появления единичных импульсов с разными амплитудами – PDA, Pulse Distribution Analysis) и SV-2000 (анализ способом интерпретации пиков в начале искрения и при стабилизации процесса – PIM, Peak Integration Method). В табл.5 сопоставлены метрологические характеристики результатов анализа, полученные этими двумя способами.

Таблица 5

Сопоставление метрологических характеристик результатов измерений алюминия: s_{cx} - кратковременная сходимост по 10 измерениям; s_b - воспроизводимост по 25 измерениям в течение двух месяцев; С - результат измерений; CV - относительное среднестатистическое отклонение по данным долговременной воспроизводимости

СО	Аттестованные значения			Спектрометр PDA-5017G			Спектрометр SV-2000				σ_b по МУ МО 14-1-61-90
	Форма алюминия	% мас.	σ_{cx} , %	С, %	σ_b , %	CV	σ_{cx} , %	С, %	σ_b , %	CV	
УГ-1в	Общий	0,019	0,0013	0,0195	0,0009	4,6	0,0012	0,0206	0,0018	8,7	0,0032
	Кислоторастворимый	0,0157	0,0013	0,0158	0,0010	6,3	0,0008	0,0156	0,0009	5,8	0,0032
УГ-0в	Общий	0,064	0,0019	0,0569	0,0024	4,2	0,0011	0,0530	0,0020	3,8	0,0090
	Кислоторастворимый	0,0496	0,0025	0,0503	0,0023	4,6	0,0009	0,0522	0,0013	2,5	0,0047

Как видно из представленных в табл.5 данных, преимущества в отношении сходимости и воспроизводимости результатов анализа при оп-

ределении общего и кислоторастворимого алюминия в стали способом PDA в сравнении со способом PIM не выявлено. Такой же вывод был сде-

лан при сравнении правильности анализа кислоторастворимого алюминия.

Однако для применения способа РИМ необходимо выполнение отдельной программы, отдельной калибровки, проведение дополнительных обыскриваний образцов. Существенным преимуществом способа PDA является возможность одновременного определения содержания общего и кислоторастворимого алюминия с использованием стандартной программы экспресс-анализа, наряду с другими компонентами. Методики определения алюминия кислоторастворимого способами РИМ и PDA аттестованы внутри предприятия для контроля технологических процессов.

В 1999 г. технологами конвертерного цеха перед аналитиками была поставлена задача определения кремния в экспрессных пробах стали и в кипящих марках стали при уровне содержания менее 0.01 %.

В режиме искрового возбуждения измеренная аналитическая линия кремния Si 212.4 нм имеет малую чувствительность. Во-первых, градуировочный график был разбит на два аналитических диапазона с граничным значением 0.1 % кремния. Далее, для повышения чувствительности определения кремния в необходимом нижнем диапазоне концентраций применили следующие приемы:

- использовали интегрирование интенсивностей в течение периода дугового возбуждения, т.к. метод PDA в сочетании с временным разрешением спектров дает возможность раздельной регистрации пиков в сигнале интенсивности;

- в массив для построения градуировочной характеристики включили стандартные образцы чистого железа 003, 004, 005 и производственные пробы кипящих марок стали;

- в качестве внутреннего стандарта выбрали Fe 271.4 нм (было Fe 287.2 нм).

Все это позволило понизить предел обнаружения кремния почти на порядок (от 0.01 % до 0.003 %) и надежно находить результат по кремнию при его содержании менее 0.01 %.

При определении содержания кремния прослеживается влияние структуры на результаты количественного анализа. При градуировке двух спектрометров (Polyvac E-973 с jet-электродом и PDA-5017G) по идентичному массиву ГСО и СОП катаной структуры наблюдается систематическая ошибка в определении кремния в производственных пробах литой структуры: результаты определения кремния на спектрометре PDA-5017G ниже на 0.02-0.04 % (в зависимости от уровня содержания данного компонента), чем

определенные химическим методом или на спектрометре Polvac E-973. Занижение результатов наблюдается также при определении серы.

По нашему мнению, самой ценной особенностью спектрометра PDA-5017G является возможность определения азота. Методика определения азота внесена в отраслевой реестр как МВИ КХА для контроля продукции. Погрешность результатов определения азота не превышает заявленных норм погрешности, приведенных в табл.6.

Показатели воспроизводимости для контролируемого диапазона содержания азота были установлены в первый год эксплуатации спектрометра с использованием фирменных стандартных образцов категории СОП и образцов аналитического сигнала (Япония, Shimadzu) и массива производственных проб, проанализированных предварительно на газоанализаторах TN-114, TN-314 и химическим методом.

Таблица 6

Нормы погрешности измерений азота, %:

$\sigma_{\text{в}}$ – воспроизводимость, Δ – погрешность

Контролируемый интервал, %	$\sigma_{\text{в}}, \%$	$\Delta, \%$
0,0015 - 0,002	0,00042	0,0009
0,002 - 0,005	0,00054	0,0012
0,005 - 0,010	0,00077	0,0017
0,010 - 0,02	0,0011	0,0024
0,02 - 0,05	0,0017	0,003

К сожалению, предел обнаружения азота ухулся с 0.001 % на первом году работы до 0.003 % к настоящему времени: концентрационный эквивалент фона повысился с 270 ppm до 390 ppm: снизилась чувствительность определений. Это привело к тому, что первый контролируемый интервал концентраций азота уже утрачен.

Важнейшими факторами, влияющими на чувствительность при определении азота, являются:

- чистота аргона;
- глубина вакуума;
- чистота оптики;
- наличие достаточного массива стандартных образцов и проб для градуировки, последующих перекалибровок, оперативной поверки и ежедневной рекалибровки.

Рассмотрим проблемы по каждому пункту.

В табл.7 показано различие требований к аргону по инструкции к спектрометру PDA-5017G и регламенту стандарта.

В своей постоянной работе мы используем аргон марки «высокой чистоты» с дополнительной очисткой в печах с магниевой стружкой, нагретой

той до 450°C, и в специальных печах RGP-4 фирмы "BOC". Элементы очистки в этих печах (трубки с окисью меди, титановые губки и молекулярные сита) являются расходными материалами. Иногда в систему попадает аргон с существенно большим содержанием примесей (из-за общего загрязнения аргонной системы или случайно-

го попадания баллона с грязным аргонном). Это вызывает возрастание ВЕС и существенное изменение наклона градуировочной кривой, что требует проведения перекалибровки прибора. В зависимости от условий работы периодичность перекалибровки составляет от одного раза в месяц до одного раза в полугодие.

Таблица 7

Сопоставление требований к аргону по инструкции к спектрометру PDA-5017G с ГОСТ

По инструкции для PDA		По ГОСТ 10157-79	
		«Высший сорт»	«Высокой чистоты»
O ₂ , не более	0,0001 %	0,0007 %	0,0002 %
N, не более	0,0005 %	0,005 %	0,001 %
Точка росы	-70 °C	-61 °C	-69 °C

При сдаче прибора в эксплуатацию степень от качки спектрометра по вакуумметру составляла $2.8 \cdot 10^{-4}$ мбар. За шесть лет работы спектрометра его оптическая часть неоднократно вскрывалась, вследствие чего вакуум ухудшился до $7 \cdot 10^{-3}$ мбар. Причина потери глубины вакуума обусловлена, по нашему мнению, неудачным выбором типа вакуумного насоса. Приборукомплектован вакуумным насосом роторного типа "EDWARDS E2M 12" с паспортным значением предельного вакуума практически равным рабочему значению глубины вакуума в спектрометре, составляющему $2.58 \cdot 10^{-4}$ мбар. Как мы полагаем, в наибольшей степени из-за ухудшения вакуума, чувствительность определения азота ухудшилась и нижняя граница аттестованного диапазона оказалась меньше предела обнаружения. Определение азота на уровне 10-30 ppm сейчас является малонадежным.

Вследствие неудачного конструктивного расположения щелей в приборе, входная щель быстро забивается спекшейся пылью от проб, а на выходную щель азота, расположенную внизу, оседает пыль. Именно для чистки этих щелей часто (уже более 10 раз) вскрывался спектрометр.

Пары масла оседают на входной линзе внутри спектрометра, и в качестве защитной меры фирмой "Shimadzu" была предусмотрена чистящая резинка - "дворник". Практически она не оказывает положительного эффекта, напротив, иногда царапает мягкую флюоритовую линзу и способствует занесению грязи в спектрометр. В сентябре 1997 г. резинка была убрана, и входную щель стали чистить реже.

Для определения азота отсутствуют ГСО с аналитическим диапазоном 15-50 ppm. На ЗСМК не

смогли приготовить материал для СОП с таким уровнем азота. В образцах для градуировки наряду с варьированием содержания азота необходимо изменять концентрации влияющих элементов, что трудно выполнить. Выявлено влияние кремния, происходящее, возможно, от наложения не очень близкой, но яркой линии Si 148.5nm (использовались СОП. Япония). Возможны спектральные влияния от наложения линии Cu 149.28 nm (слабой) и матричные влияния от титана, связывающего азот в нитриды титана. Однако эти влияния четко не прослежены из-за отсутствия стандартных образцов. Для ежесменной двухточечной рекалибровки необходимы образцы категории образцов аналитического сигнала с уровнем содержания азота 10-20 ppm. Однако их также не смогли выплавить на ЗСМК. По этой причине для нижнего предела диапазона определений мы до настоящего времени пользуемся японскими образцами аналитического сигнала с содержанием азота 0.0015 %.

В результате вышеуказанных причин возможность определения нижнего аналитического диапазона содержаний азота нами практически утрачена.

К техническим недостаткам спектрометра PDA-5017G, по нашему мнению, относятся:

1. Малая производительность прибора и повышенный расход стандартных образцов, необходимость часто менять подставной электрод и проводить рекалибровку спектрометра. По инструкции менять подставной вольфрамовый электрод и проводить рекалибровку следует через каждые 100 измерений. Однако, мы нашли возможным менять подставной электрод через 150 измерений.

2. Низкая помехоустойчивость электроники. Ряд каналов прибора, в том числе для определения Zn и N, иногда самопроизвольно «обнуляется», т. е. для любых образцов в режиме анализа получаются нулевые результаты. Отделение заземляющего провода генератора от общей шины заземления прибора и подсоединение его к общему контуру заземления здания частично помогли решить проблему. Тем не менее для прибора PDA-5017G необходимо отдельное качественное заземление для генератора.

Выводы

Использование спектрометра PDA-5017G фирмы "Shimadzu" (Япония) при анализе стали не

даёт преимуществ по чувствительности определения элементов по сравнению с другими спектрометрами, применяющими обычный способ интегрирования сигнала (например, прибор SV-2000 фирмы "Baird"). Спектрометр обладает малой производительностью, плохой помехозащищённостью, с течением времени заметно теряет чувствительность по азоту, требует повышенного расхода стандартных образцов.

Преимущества спектрометра PDA-5017G заключаются в возможности определения содержания азота и одновременного с другими элементами определения содержания алюминия, растворимого за одну экспозицию.

ЛИТЕРАТУРА

1. Сучкова Н.П. Об опыте внедрения спектрометров GVM-1014 фирмы "Shimadzu" / Сучкова Н.П., Гаврилюков Н.Н., Мандрыгин В.В. и др. // Заводская лаборатория. 1995. Т. 61, № 2. С. 59-61.
2. Slickers K. Automatic Emission Spectroscopy. Giessen: Bruhlsche Universitatsdruckerai, 1989. 540 p.
3. Поволоцкий Д.Я. Алюминий в конструкционной стали. М.: Металлургия, 1970. 232 с.

* * * * *

THE INTRODUCTION OF ATOMIC-EMISSIVE SPECTROMETER PDA-5017G IN THE CONVERTER WORKSHOP OF ZSMK

V.V.Mandrygin, N.P. Suchkova, I.D.Ismailov

The spectrometer PDA-5017G industry application experience for routine analyse of steel is described in the present article, including determination of aluminium total and acide-soluble, and also nitrogen in the interval of $0,0015 \pm 0,050$ %. For the elements, which are determinated by the PDA technique, the data of the elements determination thresholds, metro-logical parameters of convergency, and reproducibility on the PDA-5017G and on the spectrometer SV-2000 of the firma "Baird". There are given also the calculated precision data of Ca, Zn, Sn, Pb, Sb determination at small contents of this elements.